

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СТАНДАРТ СЭВ
СТ СЭВ 450–77

ГЛИНОЗЕМ

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

Цена 3 коп.

1977

gost.e-ecolog.ru

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 ноября 1977 г. № 2601 стандарт Совета Экономической Взаимопомощи СТ СЭВ 450—77 «Глинозем. Фотометрический метод определения содержания двуокиси кремния» введен в действие в качестве государственного стандарта СССР

в народном хозяйстве СССР

с 01.01.1980 г.

в договорно-правовых отношениях по сотрудничеству

с 01.01.1980 г.

Сдано в наб 22 08 77 Подп в печ 16 11 77 0,5 п л 0,28 уч изд л Тир 8500 Цена 3 коп

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов Москва, Д-557, Новопресненский пер, 3
Тип «Московский печатник» Москва, Лялин пер, 6 Зак 1109

УДК 669.712:

Настоящий стандарт СЭВ является обязательным в рамках Конвенции о применении стандартов СЭВ

СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ	СТАНДАРТ СЭВ	СТ СЭВ 450—77
	ГЛИНОЗЕМ Фотометрический метод определения содержания двуокиси кремния	Взамен РС 515—66
		Группа А39

Настоящий стандарт СЭВ распространяется на глинозем, предназначенный преимущественно для производства алюминия, и устанавливает фотометрический метод определения двуокиси кремния при содержании ее от 0,01 до 0,10% и примесей пятиокиси ванадия и пятиокиси фосфора до 0,02%.

При проведении анализа должны быть соблюдены требования СТ СЭВ 449—77.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на образовании при pH 0,85—0,90 желтого кремнемолибденового комплексного соединения, которое восстанавливают аскорбиновой кислотой до кремнемолибденовой сини и фотометрируют.

2. АППАРАТУРА

2.1. pH-метр.

2.2. Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со всеми принадлежностями.

3. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

3.1. Кислота азотная d 1,40; 8 н. раствор.

3.2. Кислота серная d 1,84; 8 н. раствор.

3.3. Кислота винная ($C_4H_6O_6$), 10%-ный раствор.

3.4. Кислота аскорбиновая ($C_6H_8O_6$), 1%-ный свежеприготовленный раствор.

3.5. Молибденовокислый аммоний $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$, 10%-ный раствор. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

3.6. Натрий углекислый.

3.7. Кремния двуокись.

3.8. Стандартные растворы кремния.

Раствор А. 0,2500 г тонко растертой и предварительно прокаленной в течение 1 ч при 1000°С двуокиси кремния помещают в платиновый тигель, перемешивают с 5 г углекис-

Утвержден Постоянной Комиссией по стандартизации
Улан-Батор, июнь 1977 г.

лого натрия и сплавляют при 900°С в течение 10—15 мин. Плав выщелачивают при нагревании в воде, тигель тщательно промывают. Охлажденный раствор переводят в мерную колбу емкостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде.

1 см³ раствора А содержит 0,25 мг двуокиси кремния.

Раствор Б. 20 см³ раствора А переносят в мерную колбу емкостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг двуокиси кремния.

3.9. Раствор фона.

В качестве раствора фона используют раствор контрольного опыта, приготовленный по СТ СЭВ...* (метод 1) в колбе емкостью 250 см³.

Установка оптимального pH раствора фона: аликвотную часть раствора объемом 25 см³ помещают в стакан, добавляют 10 см³ воды, 15 см³ раствора Б и 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и определяют pH раствора. Если pH раствора не соответствует значению 0,85—0,90, то его устанавливают до этого значения, добавляя по каплям из бюретки 8 н. азотную кислоту. Необходимое количество азотной кислоты записывают. Раствор отбрасывают.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. В зависимости от ожидаемого содержания двуокиси кремния отбирают аликвотную часть основного раствора, приготовленного по СТ СЭВ...* (метод 1) (раствор годен в течение 12 ч), в стакан емкостью 100 см³ согласно табл. 1.

Таблица 1

Содержание двуокиси кремния, %	Основной раствор (мерная колба), см³	Аликвотная часть		Объем раствора фона, см³
		Объем, см³	Масса пробы, г	
От 0,01 до 0,03	250	25	0,5	0
Свыше 0,03 „ 0,07	250	10	0,2	15
0,07 „ 0,10	250	5	0,1	20

Добавляют раствор фона в количествах, указанных в табл. 1, и доливают водой до 60 см³, затем прибавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония, перемешивают и определяют pH раствора.

* См. информационное приложение.

Если pH раствора не соответствует значению от 0,85 до 0,90, то его устанавливают, добавляя в раствор по каплям из бюретки 8 н. азотную кислоту. Необходимое количество азотной кислоты записывают. Раствор отбрасывают.

4.2. Из того же основного раствора такую же аликвотную часть помещают в мерную колбу емкостью 100 см³, добавляя раствор фона в количестве, указанном в табл. 1, затем доливают водой до 60 см³, добавляют 8 н. азотную кислоту в количестве, определенном в п. 4.1, и перемешивают. Добавляют 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и на 15—20 мин оставляют при температуре 20—25°С. Затем добавляют 5 см³ раствора винной кислоты, 22 см³ 8 н. серной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин фотометрируют раствор на спектрофотометре при длине волны 815 нм или на фотоэлектроколориметре, применяя светофильтр с областью пропускания 620—650 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта.

4.3. Для построения калибровочного графика в шесть мерных колб емкостью по 100 см³ помещают по 25 см³ раствора контрольного опыта, полученного по СТ СЭВ...* (метод 1), и добавляют 8 н. азотную кислоту в количестве, определенном в п. 3.9. Затем бюреткой отмеряют 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0 и 30,0 см³ раствора Б, что соответствует 0,025; 0,050; 0,075; 0,100; 0,125 и 0,150 мг двуокиси кремния. В седьмую колбу раствор двуокиси кремния не добавляют. Растворы разбавляют водой до 60 см³, перемешивают, затем добавляют по 5 см³ раствора молибденовокислого аммония и оставляют на 15—20 мин при температуре 20—25°С. Далее добавляют по 5 см³ раствора винной кислоты, 22 см³ 8 н. серной кислоты и 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают, доливают до метки водой и вновь перемешивают.

Через 20 мин, но не позднее чем через 40 мин растворы фотометрируют, как указано в п. 4.2. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий кремния. По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им содержаниям двуокиси кремния строят калибровочный график.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Содержание двуокиси кремния (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

* См. информационное приложение

где m_1 — масса двуокиси кремния, найденная по калибровочному графику, г;

V_1 — объем основного раствора, см^3;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3;

m — масса навески пробы, г.

5.2. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2

Таблица 2

Содержание двуокиси кремния, %	Допускаемые расхождения, % (абс.)
От 0,01 до 0,03	0,008
Св. 0,03 „ 0,10	0,010

Конец

ИНФОРМАЦИОННОЕ ПРИЛОЖЕНИЕ

До утверждения соответствующего стандарта СЭВ данные требования выполняются согласно РС 514—75.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. Автор — делегация ВНР в Постоянной Комиссии по стандартизации.
2. Тема 01.164.04.2—76.
3. Стандарт СЭВ утвержден на 41-м заседании ПКС.
4. Сроки начала применения стандарта СЭВ.

Страны—члены СЭВ	Срок начала применения стандарта СЭВ в договорно-правовых отношениях по экономическому и научно-техническому сотрудничеству	Срок начала применения стандарта СЭВ в народном хозяйстве
НРБ	—	—
ВНР	Январь 1981 г.	Январь 1981 г.
ГДР	Июль 1979 г.	Июль 1980 г.
Республика Куба		
МНР		
ПНР	Январь 1981 г.	Январь 1981 г.
СРР	Январь 1981 г.	—
СССР	Январь 1980 г.	Январь 1980 г.
ЧССР	Январь 1981 г.	Январь 1981 г.

5. Срок первой проверки — 1983 г., периодичность проверки — 5 лет.

gost.e-ecolog.ru